

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

Japanese Patent No. 2520316

(11) Publication number : 03-233955

(43) Date of publication of application : 17.10.1991

(51) Int.CI. H01L 21/66 G01R 31/26

---

(21) Application number : 02-030050

(71) Applicant : MITSUBISHI MATERIALS CORP  
JAPAN SILICON CO LTD

(22) Date of filing : 08.02.1990

(72) Inventor : MORITA ETSURO  
KISHIMOTO MIKIO  
TATSUTA JIRO  
SHIMANUKI YASUSHI  
TANAKA TOSHIRO

---

(54) DETECTION OF MINUTE PIT IN SILICON WAFER

(57) Abstract:

PURPOSE: To detect minute pits on a silicon wafer by a method wherein the number of pits on the surface of the silicon wafer after a cleaning operation is measured by using a particle counter and the size of the minute pits and their number are detected on the basis of the number of cleaning operations executed until the pits can be measured.

CONSTITUTION: Since an ammonia-based cleaning liquid has a prescribed etching action, minute pits on the surface of a silicon wafer are grown by executing a plurality of cleaning operations. The grown minute pits are measured by using a well-known particle counter. Their measuring operation is repeated; the growth amount of the minute pits per cleaning operation is computed; the distribution of numbers and sizes of the minute pits before the cleaning operation is detected from the growth amount. As a result, the distribution of minute pits which could not be measured by conventional methods can be measured on the silicon wafer manufactured by a pulling method. Thereby, it is possible to obtain a method to detect the minute pits and to accurately evaluate the quality of a crystal of the silicon wafer.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

第2520316号

(45) 発行日 平成 8 年(1996) 7 月31日

(24) 登録日 平成 8 年(1996) 5 月17日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 L 21/66			H 0 1 L 21/66	Z
21/304	3 4 1		21/304	3 4 1 Z
21/66			21/66	N

請求項の数 1 (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願平2-30050	(73) 特許権者	999999999 三菱マテリアル株式会社 東京都千代田区大手町1丁目5番1号
(22) 出願日	平成 2 年(1990) 2 月 8 日	(73) 特許権者	999999999 三菱マテリアルシリコン株式会社 東京都千代田区大手町1丁目5番1号
(65) 公開番号	特開平3-233955	(72) 発明者	森田 悦郎 埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三 菱金属株式会社中央研究所内
(43) 公開日	平成 3 年(1991) 10 月17 日	(72) 発明者	岸本 幹男 埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三 菱金属株式会社中央研究所内
		(74) 代理人	弁理士 安倍 逸郎
		審査官	藤原 敬士

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 シリコンウエーハの微小ピットの検出方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】シリコンウエーハ表面のピットにあって所定径以上のピットを測定可能なパーティクルカウンタを用いて該シリコンウエーハの微小ピットを検出する方法であって、

このパーティクルカウンタを用いてシリコンウエーハ表面のピットの数測定することができるまで、アンモニア系洗浄液を用いて一定条件の下で該シリコンウエーハの表面を複数回洗浄するとともに、

この洗浄後のシリコンウエーハ表面のピットの数をもこのパーティクルカウンタを用いて測定し、

さらに同一条件でこのシリコンウエーハの表面を洗浄して、洗浄後のシリコンウエーハ表面のピットの数もパーティクルカウンタを用いて測定し、

これらの測定値の差および測定可能になるまでの上記洗

浄回数に基づいて、1 回洗浄後のシリコンウエーハ表面の微小ピットの大きさとその数とを検出することを特徴とするシリコンウエーハの微小ピットの検出方法。

【発明の詳細な説明】

〈産業上の利用分野〉

本発明はシリコンウエーハの結晶品質の測定等に利用されるシリコンウエーハの微小ピットの検出方法に関する。

〈従来の技術〉

一般に、単結晶シリコンウエーハの製造方法としては以下に示すプロセスによっている。すなわち、例えば引き上げ法 (CZ 法) により引き上げた単結晶シリコンをスライサーでスライスし、そのウエーハ表面を研磨し、さらにその表面を洗浄するものである。

そして、従来はこのシリコンウエーハの洗浄後にパー

ティクルカウンタによりそのウエーハ表面に付着したゴミ等を測定し、そのウエーハ表面の清浄度調等をシユサシリンドーいた。

この場合、従来のパーティクルカウンタは $0.2\mu\text{m}$ 以上のパーティクルを測定することができるものである。

〈発明が解決しようとする課題〉

しかしながら、このような従来のパーティクルカウンタを使用した場合には、一定値（例えば $0.2\mu\text{m}$ ）より小さいピットの分布は測定することができないという課題が生じていた。すなわち、測定したいピットの大きさが測定装置の能力によって制限されていたものである。したがって、従来はシリコンウエーハの表面に微小ピットが存在することさえ知られていなかったものである。

そこで、本発明は、引き上げ法によるシリコンウエーハの表面にはアンモニア系洗浄液（ $\text{NH}_4\text{OH}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$ ）による洗浄により微小ピットが形成されることから、このシリコンウエーハの微小ピットを検出することができる方法を提供することを、その目的としている。

〈課題を解決するための手段〉

本発明は、シリコンウエーハ表面のピットにあって所定径以上のピットを測定可能なパーティクルカウンタを用いて該シリコンウエーハの微小ピットを検出する方法であって、このパーティクルカウンタを用いてシリコンウエーハ表面のピットの数と測定することができるまで、アンモニア系洗浄液を用いて一定条件の下で該シリコンウエーハの表面を複数回洗浄するとともに、この洗浄後のシリコンウエーハ表面のピットの数とこのパーティクルカウンタを用いて測定し、さらに同一条件でこのシリコンウエーハの表面を洗浄して、洗浄後のシリコンウエーハ表面のピットの数とパーティクルカウンタを用いて測定し、これらの測定値の差および測定可能になるまでの上記洗浄回数に基づいて、1回洗浄後のシリコンウエーハ表面の微小ピットの大きさとその数とを検出するシリコンウエーハの微小ピットの検出方法を提供するものである。

〈作用および効果〉

本発明に係るシリコンウエーハの微小ピットの検出方法は、アンモニア系洗浄液が所定のエッチング作用を有することから、複数回の洗浄によりシリコンウエーハ表面の微小ピットを成長させる。そして、この成長した微小ピットを公知のパーティクルカウンタにより測定する。この測定を繰り返して1回の洗浄による微小ピットの成長量を計算する。そして、この成長量から洗浄前の微小ピットの数量および大きさの分布を検出するものである。この結果、引き上げ法により作成したシリコンウエーハにおいて、従来は不可能であった微小ピットの分布を測定することができる。換言すれば、使用するパーティクルカウンタの測定能力範囲を越えて微小ピットを測定することができるものである。

〈実施例〉

以下、本発明の実施例を図面を参照して説明する。

第1図～第3図は本発明の一実施例を説明するための図である。

第1図（A）の実線、（B）の点線及び（C）の1点鎖線は、各1回の洗浄により発生するピットの度数分布を示すグラフである。各1回の洗浄で発生するピットの度数分布は、いつも同じである。第1図（A）は1回目の洗浄によって発生したピットの度数分布（実線）を示す。第1図（B）は2回目の洗浄によって発生したピットの度数分布（点線）と1回目の洗浄によって発生し、成長したピットの度数分布（実線）を示す。第1図（C）は3回目の洗浄によって発生したピットの度数分布（1点鎖線）と2回目の洗浄によって発生し、成長したピットの度数分布（点線）と1回目の洗浄によって発生し、成長したピットの度数分布（実線）を示すものである。

図中dはピットの発生後、各1回の洗浄によるピットの平均成長量を示すものである。

第2図は度数分布により解析したS、M、Lパーティクルの増加量を実測値との関係を示すグラフである。

このグラフにおいて、各パーティクルのサイズは、例えば $0.20\mu\text{m} \leq S \leq 0.25\mu\text{m}$ 、 $0.25\mu\text{m} \leq M \leq 0.3\mu\text{m}$ 、 $0.3\mu\text{m} \leq L$ を表しているものとする。

第3図（A）は1回の洗浄により発生するピットの度数分布を示しており、同図（B）は次の洗浄により大きくなったピットの度数分布を示している。

表1は洗浄によるこのサイズ別のピットの数の変化を示している。

〔 表 1 〕

回	Sサイズ	Mサイズ	Lサイズ
1	CD(斜線)	AB	
2	CD+DE(斜線)	AB+BC	A
3	CD+DE+EF	AB+BC+CD	A+AB
4	CD+DE+EF+FG	AB+BC+CD+DE	A+AB+BC

表2は洗浄によるこれらのサイズ別のピットの増加量を示している。

〔 表 2 〕

増加量	Sサイズ	Mサイズ	Lサイズ
1	CD	AB	0
(2-1)	DE	BC	A
(3-2)	EF	CD	AB
(4-3)	FG	DE	BC

以上に示すように、所定の引き上げ法により形成されたシリコンウエーハの表面を、例えば $\text{NH}_4\text{OH}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$

5

洗浄を行うと、その表面に微小のピットが発生する。この場合のシリコン結晶の引き上げ条件が異なると、この発生するピットの度数分布が異なる。

そして、この微小ピットは結晶中の微小欠陥の分布に対応しているものと考えられる。

この $\text{NH}_4\text{OH}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$  (1:1:5) 洗浄液による1回の洗浄 (80℃, 20分程度) で発生するピットの大きさは、 $0.2\mu\text{m}$ 以上のパーティクルを測定できるパーティクルカウンタでは、ほとんど観測できない程度の大きさである。

この場合に同一条件で繰り返し洗浄を行うと、このピットは大きく成長する。

そして、各大きさのピットに関し、S, M, Lサイズの数増加量を測定する (第2図)。この結果、1回目の洗浄で発生するピットの度数分布を推定することができる (第1図)。

すなわち、パーティクルカウンタで測定できるようになるまで同一の条件で複数回のアンモニア系洗浄液による洗浄を行う。そして、測定可能になったときはカウンタによりこのピットを測定する。更に、同一条件による複数回の洗浄後の測定により、1回目の洗浄後のピットの度数分布を推定することができる。

この結果、パーティクルカウンタの測定能力以上の測

6

定が可能となり、測定能力を大幅に拡張することができる。また、微小ピットの分布を検出することができる結果、シリコンウエーハの結晶の品質の評価を正確に行うことができる。したがって、シリコンの引き上げ条件を品質上最適なものとすることができる。

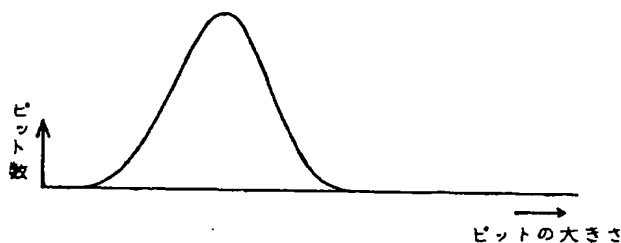
#### 【図面の簡単な説明】

第1図 (A) の実線、(B) の点線及び (C) の1点鎖線は、各1回の洗浄により発生するピットの度数分布を示すグラフであり、第1図 (A) は1回目の洗浄によって発生したピットの度数分布 (実線) を示す。第1図 (B) は2回目の洗浄によって発生したピットの度数分布 (点線) と1回目の洗浄によって発生し、成長したピットの度数分布 (実線) を示すもの、第1図 (C) は3回目の洗浄によって発生したピットの度数分布 (1点鎖線) と2回目の洗浄によって発生し、成長したピットの度数分布 (点線) と1回目の洗浄によって発生し、成長したピットの度数分布 (実線) を示すものである。

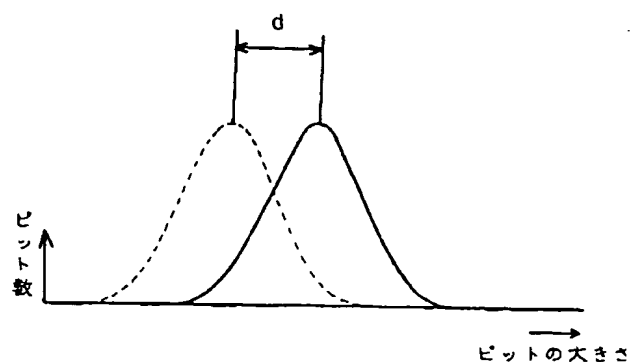
第2図は度数分布により解析したS, M, Lパーティクルの増加量と実測値との関係を示すグラフである。

第3図 (A) は1回の洗浄により発生するピットの度数分布を、同図 (B) は次の洗浄により大きくなったピットの度数分布を示すグラフである。

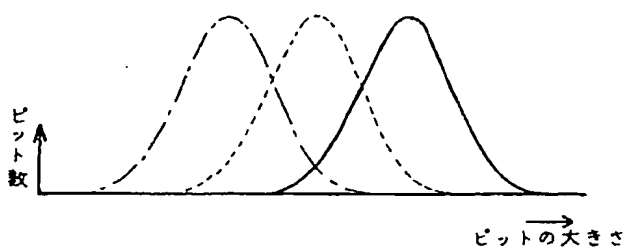
【第1図 (A)】



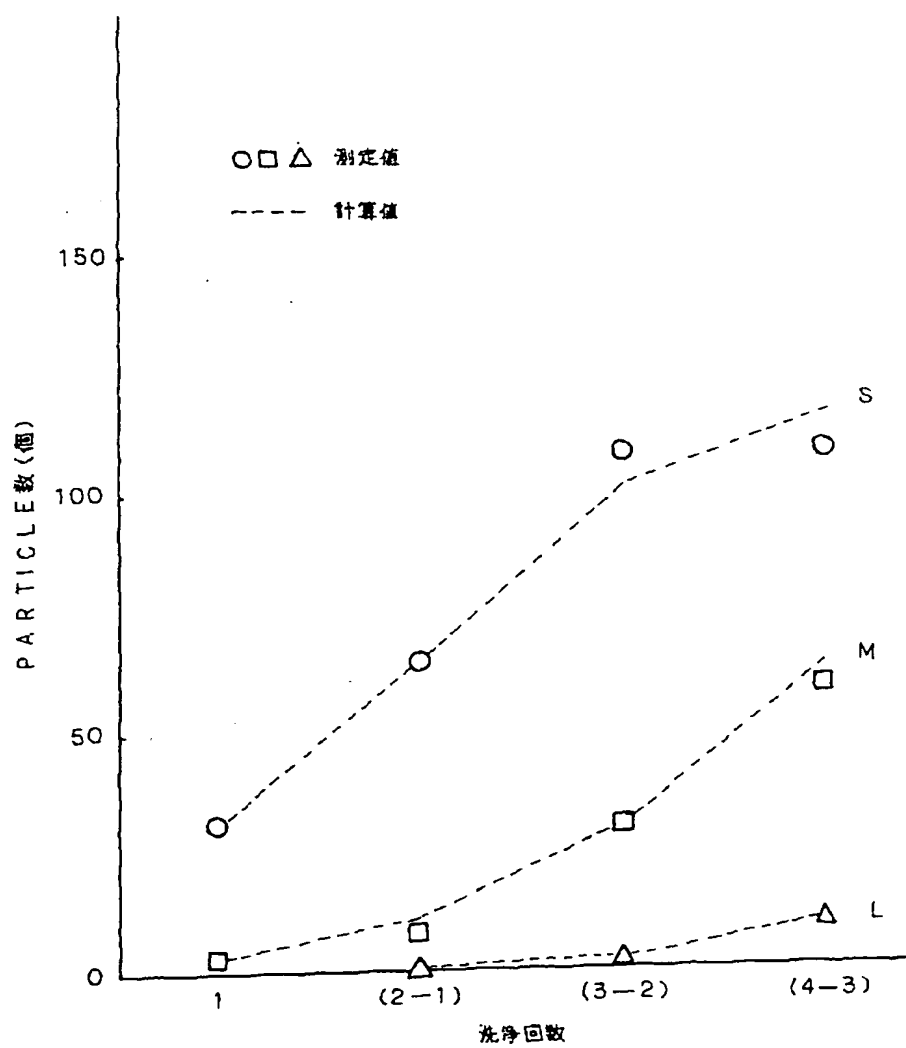
【第1図 (B)】



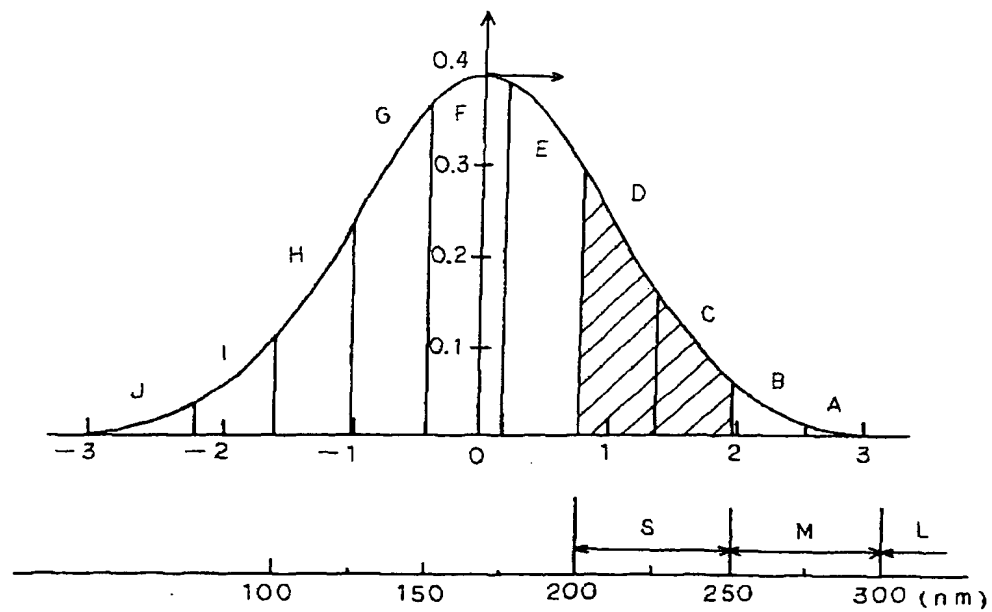
【第1図 (C)】



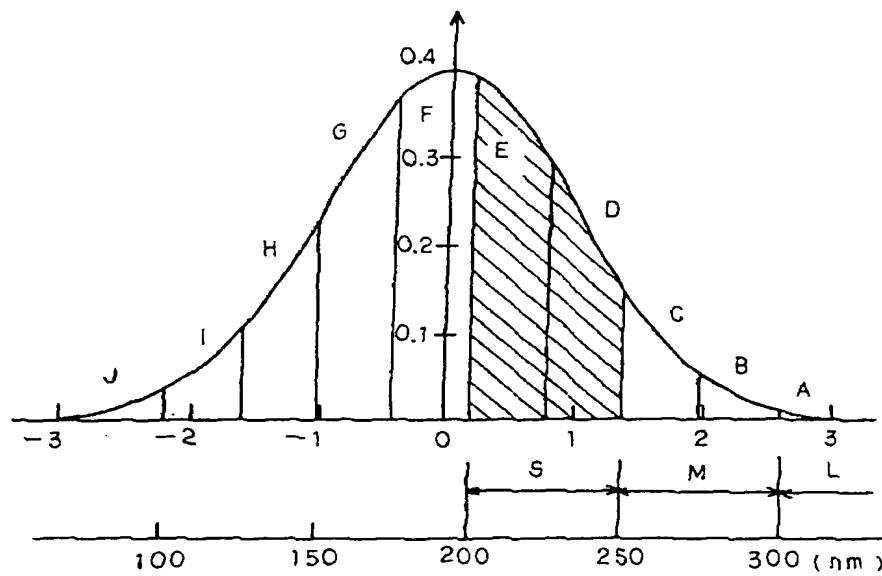
【第2図】



【第3図 (A)】



【第3図 (B)】



フロントページの続き

(72)発明者 龍田 次郎  
埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三  
菱金属株式会社中央研究所内

(72)発明者 島貫 康  
埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三  
菱金属株式会社中央研究所内

(6)

特許 2 5 2 0 3 1 6 号

(72) 発明者 田中 俊郎  
東京都千代田区岩本町 3 丁目 8 番 16 号  
日本シリコン株式会社内

(56) 参考文献 特開 平 2 - 98134 ( J P , A )  
特開 昭 61 - 198045 ( J P , A )  
特開 昭 53 - 2075 ( J P , A )